

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-201286

(43)Date of publication of application : 18.07.2003

(51)Int.Cl.

C07D305/06

A61K 6/00

C08F 20/28

(21)Application number : 2002-306846

(71)Applicant : MITSUI CHEMICALS INC

(22)Date of filing : 22.10.2002

(72)Inventor : MIYAZAKI KAZUHISA
OTA SEIJI

(30)Priority

Priority number : 2001332393

Priority date : 30.10.2001

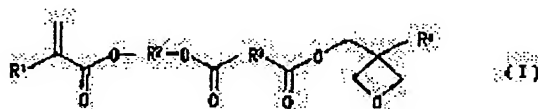
Priority country : JP

(54) OXETANE RING-CONTAINING (METH)ACRYLIC ACID ESTER AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing a new oxetane ring-containing (meth)acrylic acid ester useful as a raw material for various functional polyolefins, coating materials, adhesives, dental materials and the like.

SOLUTION: This oxetane ring-containing (meth)acrylic acid ester is expressed by general formula (I) (wherein R¹ expresses H or methyl; R² expresses a straight chain or branched alkylene which may have an ether linkage; R³ expresses a straight chain or branched alkylene or arylene; R⁴ expresses a straight chain alkyl), used for graft-modification of polyolefins and used as a comonomer for copolymerized polyolefins and a monomer for dental materials.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

15.07.2005

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2003-201286
(P2003-201286A)

(43) 公開日 平成15年7月18日 (2003. 7. 18)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード*(参考)
C 0 7 D 305/06		C 0 7 D 305/06	4 C 0 4 8
A 6 1 K 6/00		A 6 1 K 6/00	A 4 C 0 8 9
C 0 8 F 20/28		C 0 8 F 20/28	4 J 1 0 0

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2002-306846 (P2002-306846)
(22) 出願日 平成14年10月22日 (2002. 10. 22)
(31) 優先権主張番号 特願2001-332393 (P2001-332393)
(32) 優先日 平成13年10月30日 (2001. 10. 30)
(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000005887
三井化学株式会社
東京都千代田区霞が関三丁目2番5号
(72) 発明者 宮崎 和久
千葉県袖ヶ浦市長浦580-32 三井化学株
式会社内
(72) 発明者 太田 誠治
千葉県袖ヶ浦市長浦580-32 三井化学株
式会社内

最終頁に続く

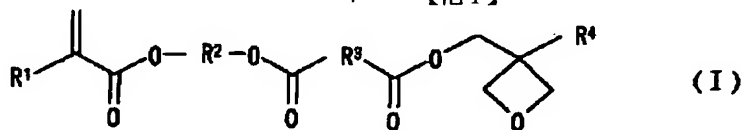
(54) 【発明の名称】 オキセタン環含有 (メタ) アクリル酸エステル及びその製法

(57) 【要約】

【課題】 各種機能性ポリオレフィン、塗料、接着剤、
歯科材料などの原料として有用な新規なオキセタン環含
有 (メタ) アクリル酸エステル及びその製造方法を提供
すること。

* 【解決手段】 一般式 (I) で表されるオキセタン環含
有 (メタ) アクリル酸エステルをポリオレフィンのグラ
フト変性用、共重合ポリオレフィンのコモノマー原料及
び歯科材料用モノマーとして使用する。

* 【化1】



(式中、R¹ は水素またはメチル基、R² はエーテル結合
を有していてもよい直鎖または分岐状のアルキレン基、

R³ は直鎖または分岐状のアルキレン基またはアリー
ン基、R⁴ は直鎖アルキル基を表す。)

1

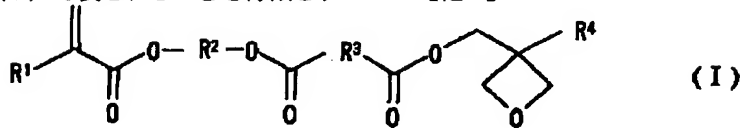
2

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式 (I) で表されることを特徴とする*

* るオキセタン環含有(メタ)アクリル酸エステル。

【化1】



(式中、R¹ は水素またはメチル基、R² はエーテル結合を有していてもよい直鎖または分岐状のアルキレン基、R³ は直鎖または分岐状のアルキレン基またはアリーレン基、R⁴ は直鎖アルキル基を表す。)

【請求項2】 R¹ が水素原子またはメチル基、R² が炭素数2～4の直鎖状アルキレン基、R³ が炭素数2～4の直鎖状アルキレン基またはフェニレン基、R⁴ が炭素数1～2の直鎖アルキル基であることを特徴とする請求項1記載のオキセタン環含有(メタ)アクリル酸エステル。

【請求項3】 R¹ が水素原子、R² がエチレン基、R³ がエチレン基、R⁴ がエチル基であることを特徴とする請求項1記載のオキセタン環含有(メタ)アクリル酸エステル。

※【請求項4】 R¹ が水素原子、R² がエチレン基、R³ がフェニレン基、R⁴ がエチル基であることを特徴とする請求項1記載のオキセタン環含有(メタ)アクリル酸エステル。

【請求項5】 一般式 (II) で表されるヒドロキシアルキル(メタ)アクリレートと一般式 (III) で表される酸無水物との反応で得られる一般式 (IV) で表される末端カルボン酸含有(メタ)アクリレート化合物を、一般式 (V) で表されるオキセタン環含有アルコールと脱水触媒の存在下、エステル化反応させることを特徴とする請求項1記載のオキセタン環含有(メタ)アクリル酸エステルの製法。

【化2】



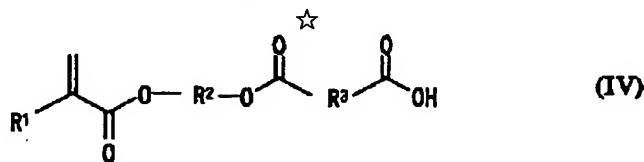
(式中、R¹ は直鎖アルキル基、R² は直鎖または分岐状のアルキレン基を表す。)

★【化3】



(式中、R³ は直鎖アルキレン基またはフェニレン基を表す。)

☆【化4】



(式中、R¹ は直鎖アルキル基、R² は直鎖または分岐状のアルキレン基、R³ は直鎖アルキレン基またはフェニレン基を表す。)

【化5】



(式中、R⁴ は直鎖アルキル基を表す。)

【請求項6】 請求項1ないし4のいずれかに記載のオキセタン環含有(メタ)アクリル酸エステルからなることを特徴とするポリオレフィンのグラフト変性用モノマ

一。

【請求項7】 請求項1ないし4のいずれかに記載のオキセタン環含有(メタ)アクリル酸エステルからなることを特徴とする歯科材料用モノマー。

【発明の詳細な説明】

【0001】

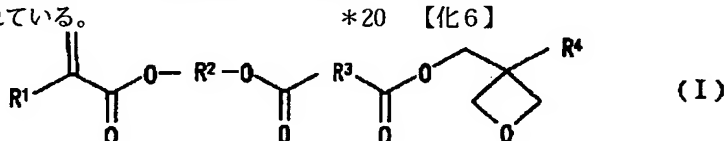
【発明の属する技術分野】 本発明は、各種機能性ポリオレフィン、塗料、接着剤、歯科材料などの原料として有用な極性基を有する不飽和化合物に関する。特に、エチレン、プロピレンなどのビニルモノマーとの共重合あるいはポリオレフィンのグラフト変性などによりポリオレフィンに接着性、他樹脂との相容性などの機能を付与す

るための極性基を導入することが可能なオキセタン環含有（メタ）アクリル酸エステルに関する。

【0002】

【従来の技術】分子内に重合性を有する不飽和結合とエポキシ基を有する化合物は各種機能性ポリオレフィン、塗料、接着剤、粘着剤、歯科材料などの原料として様々な分野で使用されている。例えば、機能性ポリオレフィン分野では、（メタ）アクリロイル基とエポキシ基を有する化合物が、添加材料や相容化剤として用いられる変性ポリオレフィンの原料として、また塗料分野ではアクリル系樹脂塗料の原料モノマーとして用いられている。歯科材料分野においても、メタクリル系接着成分の一つとしてエポキシ基を有する化合物が用いられている。

【0003】しかし、分子内に不飽和結合とエポキシ基を有する化合物として入手可能な化合物は、グリシジル（メタ）アクリレートなどごく限られている。また、エポキシ基は刺激性等の問題があること、また、さらなる性能向上を目指して新規な構造の極性基含有不飽和化合物が提案されていることなどから新たな極性基含有不飽和化合物の創出が望まれている。



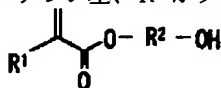
【0008】（式中、 R^1 は水素またはメチル基、 R^2 はエーテル結合を有していてもよい直鎖または分岐状のアルキレン基、 R^3 は直鎖または分岐状のアルキレン基またはアリーレン基、 R^4 は直鎖アルキル基を表す。）

（2） R^1 が水素原子またはメチル基、 R^2 が炭素数2～4の直鎖状アルキレン基、 R^3 が炭素数2～4の直鎖状アルキレン基またはフェニレン基、 R^4 が炭素数1～2の直鎖アルキル基であることを特徴とする上記（1）記載のオキセタン環含有（メタ）アクリル酸エステル。

（3） R^1 が水素原子、 R^2 がエチレン基、 R^3 がエチレン基、 R^4 がエチル基であることを特徴とする上記

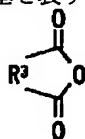
（1）記載のオキセタン環含有（メタ）アクリル酸エステル。

（4） R^1 が水素原子、 R^2 がエチレン基、 R^3 がフェニ



(II)

【0010】（式中、 R^1 は直鎖アルキル基、 R^2 は直鎖または分岐状のアルキレン基を表す。）



(III)

【0012】（式中、 R^3 は直鎖アルキレン基またはフェニレン基を表す。）

*【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、共重合用モノマー、ポリオレフィンのグラフト変性用モノマー、塗料、接着剤、粘着剤、歯科材料などの原料として有用な新規な構造の極性基含有不飽和化合物、即ち、新規な構造のオキセタン環含有（メタ）アクリル酸エステル及びその製法を提供することを目的としている。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、前記のような課題を解決するため鋭意検討を行った結果、重合性を有する不飽和結合として（メタ）アクリロイル基、極性基としてオキセタニル基を有する極性基含有不飽和化合物を見出し本発明を完成するに至った。

【0006】本発明は、以下の新規な極性基含有不飽和化合物及びその製法に関する。

（1）新規な極性基含有不飽和化合物、即ち、一般式

（1）で表されることを特徴とするオキセタン環含有（メタ）アクリル酸エステル。

【0007】

【化6】

※レン基、 R^4 がエチル基であることを特徴とする上記

（1）記載のオキセタン環含有（メタ）アクリル酸エステル。

（5）一般式（II）で表されるヒドロキシアルキル（メタ）アクリレートと一般式（III）で表される酸無水物との反応で得られる一般式（IV）で表される末端カルボン酸含有（メタ）アクリレート化合物を、一般式（V）で表されるオキセタン環含有アルコールと脱水触媒の存在下、エステル化反応させることを特徴とする上記（1）記載のオキセタン環含有（メタ）アクリル酸エステルの製法。

【0009】

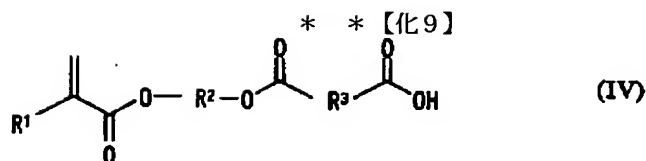
【化7】

★【0011】

【化8】

【0 0 1 3】

5



【0014】（式中、 R^1 は直鎖アルキル基、 R^2 は直鎖または分岐状のアルキレン基、 R^3 は直鎖アルキレン基またはフェニレン基を表す。）

【0015】

【化 1 0】



【0016】（式中、R'は直鎖アルキル基を表す。）
（6）上記（1）ないし（4）のいずれかに記載のオキセタン環含有（メタ）アクリル酸エステルからなることを特徴とするポリオレフィンのグラフト変性用モノマー。

※【0017】(7) 上記(1)ないし(4)のいずれかに記載のオキシタン環含有(メタ)アクリル酸エステルからなることを特徴とする歯科材料用モノマー。

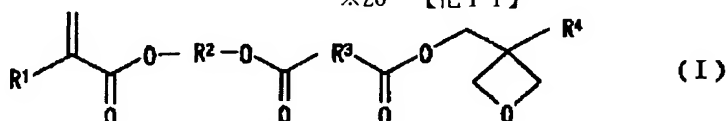
10 【0 0 1 8】

【発明の実施の形態】以下、本発明にかかわるオキセタン環含有（メタ）アクリル酸エステル及びその製法について具体的に説明する。なお、本明細書において、「（メタ）アクリル酸～」とは「アクリル酸～」および／または「メタクリル酸～」を意味する。

【0019】本発明にかかわるオキセタン環含有（メ
タ）アクリル酸エステルは、下記の一般式（I）で表さ
れることを特徴とする。

【0020】

※20 【化1 1】



【0021】式(I)中、 R^1 は水素またはメチル基、 R^2 は直鎖または分岐状のアルキレン基を表す。

【0022】 R^2 のエーテル結合を有しているもよい直鎖または分岐状のアルキレン基としては、炭素数2~12のアルキレン基または炭素数2~6のオキシアリレン基が挙げられ、その代表例としては、 $-(CH_2)_2-$ 、 $-(CH_2)_3-$ 、 $-(CH_2)_4-$ 、 $-(CH_2)_5-$ 、 $-(CH_2)_6-$ 、 $-CH_2-CH(CH_3)-$ 、 $-(CH_2)_2O-$ 、 $-(CH_2)_3O-$ 、 $-CH_2CH(CH_3)O-$ 、 $-CH(CH_3)CH_2O-$ 、 $-CH_2CH_2OCH_2CH_2O-$ 、 $-(CH_2CH_2O)_2CH_2CH_2O-$ 、 $-(CH_2CH_2O)_3CH_2CH_2O-$ 、 $-CH_2CH(CH_3)OCH_2CH(CH_3)O-$ 、 $-(CH_2CH(CH_3)O)_2CH_2CH(CH_3)O-$ 、 $-(CH_2CH(CH_3)O)_3CH_2CH(CH_3)O-$ が挙げられる。この中では、 $-(CH_2)_2-$ が好ましい。

【0023】 R^3 の直鎖アルキレン基またはアリーレン基としては、炭素数2～6のアルキレン基または炭素数6～14のアリーレン基が挙げられ、アルキレン基の代表例としては、 $-(CH_2)_2-$ 、 $-(CH_2)_3-$ 、 $-(CH_2)_4-$ 、 $-(CH_2)_5-$ 、 $-CH_2-CH(CH_3)-$ が挙げられ、アリーレン基の代表例としてはフェニレン基、ナフタレン基が挙げられる。

【0024】R'の直鎖アルキル基としては、炭素数1～6のアルキル基が挙げられ、その代表例としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等が挙げられる。この中では、メチル基、エチル基が好ましい。

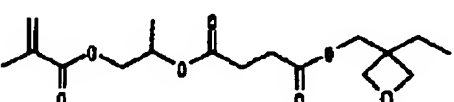
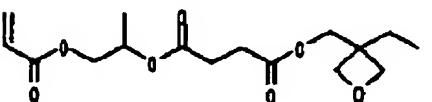
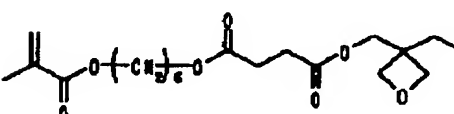
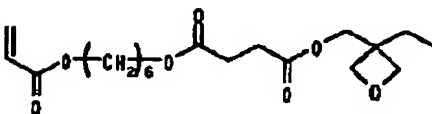
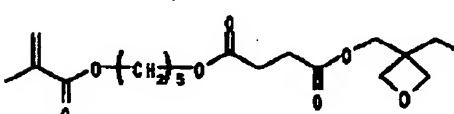
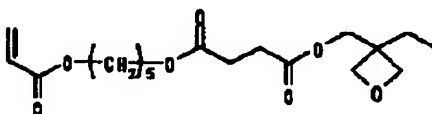
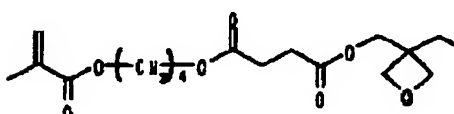
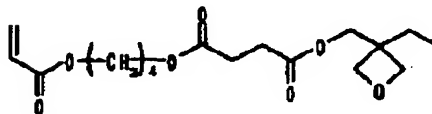
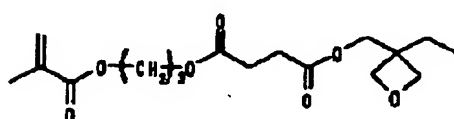
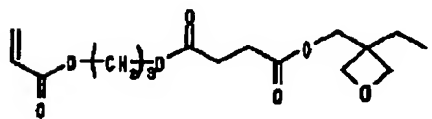
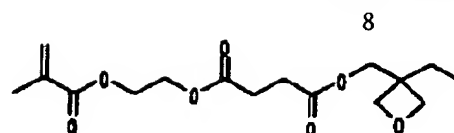
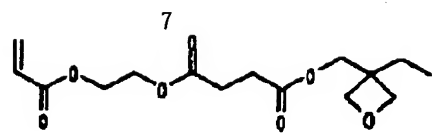
【0025】本発明における一般式(1)で示されるオキセタン環含有(メタ)アクリル酸エステル具体例として、以下の化合物を挙げることができる。

【0026】

【化12】

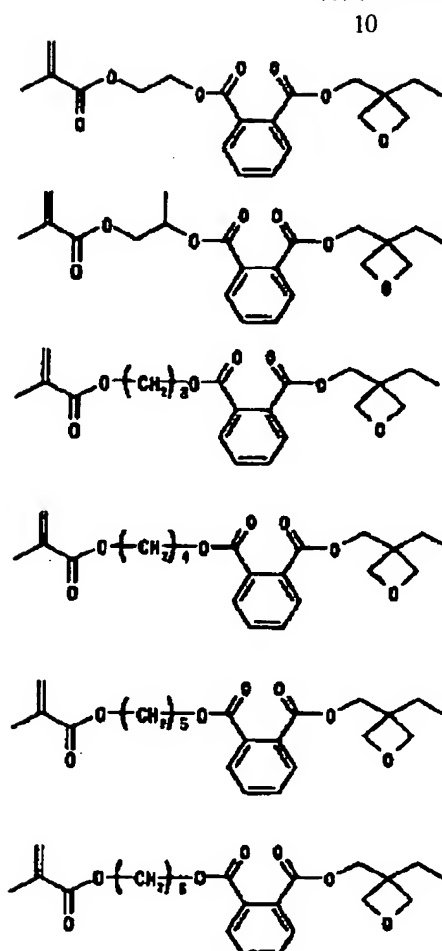
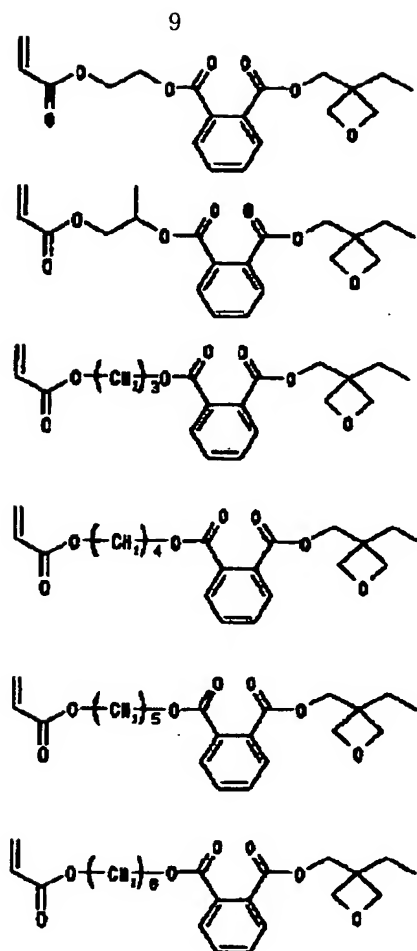
(5)

特開2003-201286



【0027】

【化13】



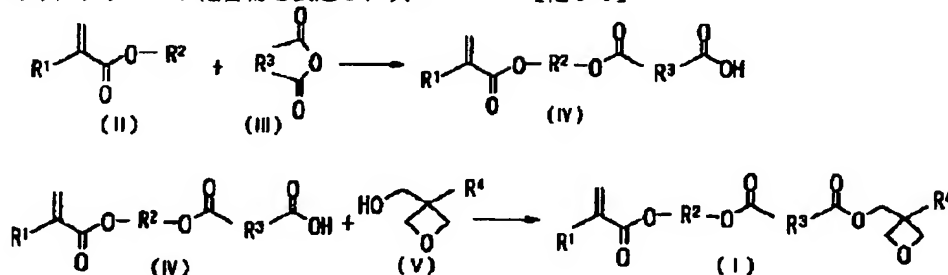
【0028】本発明にかかわるオキセタン環含有（メタ）アクリル酸エステルは、以下に述べる方法によって製造することができる。

【0029】一般式（II）で表されるヒドロキシアルキル（メタ）アクリレートと一般式（III）で表される酸無水物とを反応させて一般式（IV）で表される末端カルボン酸含有（メタ）アクリレート化合物を製造し、次い *

30 *で、該末端カルボン酸含有（メタ）アクリレート化合物（IV）を一般式（V）で表されるオキセタン環含有アルコールと脱水触媒の存在下、エステル化反応させて、目的のオキセタン環含有（メタ）アクリル酸エステルを製造する。その反応式は、以下のとおりである。

【0030】

【化14】



【0031】一般式（II）で表されるヒドロキシアルキル（メタ）アクリレートは、アクリル酸またはメタクリル酸を出発原料に用いて、アルキレンオキシドを付加させて製造する。アルキレンオキシドの代わりにアルキレンカーボネートを用いることも可能である。

【0032】ヒドロキシアルキル（メタ）アクリレート 50

の例としては、ポリアルキレングリコールモノアクリレートが挙げられる。

【0033】本発明の方法において、（メタ）アクリル酸とアルキレンオキシドまたはアルキレンカーボネートとの反応は、塩基触媒の存在下、それぞれの反応原料を 1：1 モルないしアルキレンオキシドまたはアルキレン

カーボネート大過剰の割合で反応器に供給し、反応温度0〜200℃、好ましくは、50〜120℃、反応圧力常圧〜10気圧、好ましくは、常圧〜5気圧の条件下で行われる。反応時間は、5〜20時間、好ましくは、6〜12時間である。

【0034】反応はアルキレンオキシドまたはアルキレンカーボネートを大過剰使用して無溶媒で行うか、適切な溶媒を用いて行うことができる。アルキレンオキシドの例としては、エチレンオキシド、プロピレンオキシド等が挙げられる。アルキレンカーボネートの例として

は、エチレンカーボネート、プロピレンカーボネート等が挙げられる。

【0035】塩基触媒としては、アルカリ金属またはアルカリ土類金属の水酸化物や炭酸塩などを使用することができ、例えば水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化リチウム、水酸化マグネシウム、水酸化カルシウム、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸リチウム、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、炭酸水素カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素リチウムなどが挙げられる。またアルカリ金属またはアルカリ土類金属を含む固体塩基を用いることもできる。

【0036】反応溶媒としては、アルコール系、ケトン系、アミド系、芳香族炭化水素系、エーテル系、ニトリル系、水などを用いることができ、例えばイソプロパノール、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、ジメチルホルムアミド、トルエン、キシレン、テトラヒドロフラン、1, 4-ジオキサン、アセトニトリルなどを挙げることができる。

【0037】また、アルカンジオールに(メタ)アクリロイルハライドをモル当量にして1:1で反応させる方法によってもヒドロキシアルキル(メタ)アクリレートを得ることができる。アルカンジオールの例としては、エチレングリコール、プロピレングリコール等が挙げられる。

【0038】本発明の方法において、反応を促進する塩基触媒として、例えばピリジン、トリエチルアミン、ジメチルアミノピリジンなどを用いることができる。塩基触媒の量は、アルカンジオールに対して1〜1.5当量、好ましくは、1.2当量程度が望ましい。

【0039】反応溶媒としては、ハロゲン化炭化水素系、芳香族炭化水素系、エーテル系、ニトリル系、ケトン系、エステル系などの溶媒から原料の溶解度や反応条件に応じて適宜選択して用いることができ、例えば、ジクロロメタン、クロロホルム、1, 2-ジクロロエタン、ベンゼン、トルエン、キシレン、酢酸エチル、ジエチルエーテル、ジブチルエーテル、テトラヒドロフラン、1, 4-ジオキサン、アセトン、ジメチルホルムアミド、アセトニトリルなどを例示することができる。

【0040】上記のような方法により得られたヒドロキシアルキル(メタ)アクリレート(II)にフタル酸無水

物やコハク酸無水物などの酸無水物を反応させて末端カルボン酸基含有(メタ)アクリレート化合物(IV)とする。反応は無溶媒で行うか、適切な溶媒を用いて行うことができる。

【0041】反応溶媒としては、ハロゲン化炭化水素系、芳香族炭化水素系、エーテル系、ニトリル系、ケトン系、エステル系などの溶媒から原料の溶解度や反応条件に応じて適宜選択して用いることができ、例えば、ジクロロメタン、クロロホルム、1, 2-ジクロロエタン、ベンゼン、トルエン、キシレン、酢酸エチル、ジエチルエーテル、ジブチルエーテル、テトラヒドロフラン、1, 4-ジオキサン、アセトン、ジメチルホルムアミド、アセトニトリルなどを例示することができる。

【0042】このようにして製造された末端カルボン酸基含有(メタ)アクリレート化合物(IV)、例えば、(メタ)アクリロイルオキシアルキルコハク酸(または、フタル酸)エステル化合物とオキセタン環含有アルコール(V)との反応は、溶媒中、反応促進剤として脱水触媒を用いて行われる。

【0043】反応は、末端カルボン酸基含有(メタ)アクリレート化合物(IV)、例えば、アクリロイルオキシアルキルコハク酸(または、フタル酸)エステル化合物とオキセタン環含有アルコール(V)を1:1〜10モルの割合で供給し、反応温度-10ないし50℃、好ましくは、-5〜5℃、反応圧力常圧〜10気圧、好ましくは、常圧の条件下で行われる。反応時間は、0.5〜5時間、好ましくは、1〜3時間である。

【0044】一般式(V)で表されるオキセタン環含有アルコールの代表例としては、例えば、3-メチル-3-ヒドロキシメチルオキセタン、3-エチル-3-ヒドロキシメチルオキセタン、3-n-プロピル-3-ヒドロキシメチルオキセタン、3-イソプロピル-3-ヒドロキシメチルオキセタン、3-メチル-3-ヒドロキシエチルオキセタン、3-エチル-3-ヒドロキシエチルオキセタン、3-n-プロピル-3-ヒドロキシエチルオキセタン、3-イソプロピル-3-ヒドロキシエチルオキセタン、2-メチル-3-ヒドロキシメチルオキセタン、2-エチル-3-ヒドロキシメチルオキセタン、2, 3-ジメチル-3-ヒドロキシメチルオキセタン、2, 4-ジメチル-3-ヒドロキシメチルオキセタン、2, 3, 4-トリメチル-3-ヒドロキシメチルオキセタン、3-エチル-2-メチル-3-ヒドロキシメチルオキセタン、3-エチル-2, 4-ジメチル-3-ヒドロキシメチルオキセタン、3-メチル-3-(2-ヒドロキシエトキシメチル)オキセタン、3-エチル-3-(2-ヒドロキシエトキシメチル)オキセタンなどが挙げられる。これらの中では、3-メチル-3-ヒドロキシメチルオキセタン、3-エチル-3-ヒドロキシメチルオキセタンが好ましい。

【0045】本発明の方法において、反応を促進する脱

水触媒として、例えばジシクロヘキシルカルボジイミド(DCC)、カルボジイミダゾールなどを用いることができる。脱水触媒の量は、アルコールに対して1~1.5当量、好ましくは、1.1当量程度が望ましい。

【0046】反応溶媒としては、ハロゲン化炭化水素系、芳香族炭化水素系、エーテル系、ニトリル系、ケトン系、エステル系などの溶媒から原料の溶解度や反応条件に応じて適宜選択して用いることができ、例えば、ジクロロメタン、クロロホルム、1,2-ジクロロエタン、ベンゼン、トルエン、キシレン、酢酸エチル、ジエチルエーテル、ジブチルエーテル、テトラヒドロフラン、1,4-ジオキサン、アセトン、ジメチルホルムアミド、アセトニトリルなどを例示することができる。

【0047】本発明のオキセタン環含有(メタ)アクリル酸エステルは、重合性を有する不飽和結合と極性基であるオキセタン基を有し、この不飽和結合と極性基の間に様々な鎖長を有する連結基を有しているため、各種機能性ポリオレフィン、塗料、接着剤、歯科材料等の原料として用いることができる。特に、ポリオレフィンに接着性、他樹脂との相溶性などの機能を付与するグラフト変性用モノマーあるいは歯科材料用モノマーとして有用である。

【0048】

【発明の効果】本発明によれば、各種機能性ポリオレフィン、塗料、接着剤、歯科材料等の原料として有用な新規な構造のオキセタン環含有(メタ)アクリル酸エステル及びその製造方法を提供することができる。この化合物は重合性を有する不飽和結合と極性基であるオキセタン基の間に様々な鎖長を有する連結基を導入することが可能であり、用途や性能によって種々選択することができる。

【0049】

【実施例】以下に、実施例を挙げ、本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例によってなんら限定されるものではない。

(分析方法)プロトン-NMRスペクトルは、核磁気共鳴装置GSX270(日本電子(株)製)を用いて、溶媒CDCl₃、分解能270MHzの条件で測定したものである。

【0050】実施例1

【2-アクリロキシエチルフタル酸エステルの合成】200ml3つ口フラスコに無水フタル酸14.8g(0.1mol)、2-ヒドロキシエチルアクリレート12.0g(0.1mol)、メトキシフェノール50mgを加えた。110℃、6時間反応を行い、室温まで放冷した。2-アクリロキシエチルフタル酸エステル(針状晶)26.0gを得た。

分析結果：

¹H-NMR(ppm)

7.75(dd, 1H, J=6, 2.9Hz)、7.58

(dd, 1H, J=6, 2.9Hz)、7.58~7.55(m, 2H)、6.43(dd, 1H, J=6, 5.9Hz)、6.15(dd, 1H, J=3.9, 5.9Hz)、5.86(dd, 1H, J=6, 3.8Hz)、4.57~4.43(m, 4H)

【0051】[フタル酸1-(2-アクリロキシエチル)-2-(3-エチル-3-オキセタニルメチル)の合成] ジムロート冷却管、20ml滴下ロートを備えた100ml3つ口フラスコに3-エチル-3-ヒドロキシメチルオキセタン0.4g(3.8ミリモル)、ジシクロヘキシルカルボジイミド(DCC)0.8g(3.8ミリモル)、ジエチルアミノピリジン50mg、ジクロロメタン30mlを加えた。氷浴下、攪拌しながら2-アクリロキシエチルフタル酸エステル1.0g(3.8ミリモル)のジクロロメタン溶液20mlをゆっくりと滴下した。氷浴下、1時間反応後、生じた沈殿をろ過した。ろ液の溶媒を減圧下、留去し、残渣をカラムクロマトグラフィーに付した。展開溶媒として、酢酸エチル/ヘキサンを用い、酢酸エチル/ヘキサン=1/1留分よりフタル酸1-(2-アクリロキシエチル)-2-(3-エチル-3-オキセタニルメチル)を得た。

分析結果：

¹H-NMR(ppm)

7.75~7.73(m, 2H)、7.58~7.55(m, 2H)、6.46(dd, 1H, J=6, 6.5Hz)、6.15(dd, 1H, J=3.8, 6.5Hz)、5.86(dd, 1H, J=5, 3.8Hz)、4.57~4.43(m, 10H)、1.80(q, 2H, J=2.8Hz)、0.96(t, 3H, J=2.8Hz)

【0052】実施例2

【コハク酸1-(2-アクリロキシエチル)-2-(3-エチル-3-オキセタニルメチル)の合成] ジムロート冷却管、100ml滴下ロートを備えた500ml3つ口フラスコに3-エチル-3-ヒドロキシメチルオキセタン14g(0.15mol)、ジシクロヘキシルカルボジイミド(DCC)24.7g(0.12mol)、ジエチルアミノピリジン0.1g、ジクロロメタン100mlを加えた。氷浴下、攪拌しながらコハク酸アクリロイルエチルエステル(A-SA、新中村化学製)21.6g(0.1mol)のジクロロメタン溶液100mlをゆっくりと滴下した。氷浴下、1時間反応後、生じた沈殿をろ過した。ろ液の溶媒を減圧下、留去し、残渣をカラムクロマトグラフィーに付した。展開溶媒として、酢酸エチル/ヘキサンを用い、酢酸エチル/ヘキサン=1/1留分よりコハク酸1-(2-アクリロキシエチル)-2-(3-エチル-3-オキセタニルメチル)を得た。

分析結果：

¹H-NMR(ppm)

6.44(d, 1H, J=6.5Hz)、6.12(d, 1H, J=3.8, 6.5Hz)、5.87(dd, 1

(9)

特開2003-201286

16

15
H、J = 5、38 Hz)、4. 57 ~ 4. 43 (m、8 * 1. 75 (q、2 H、J = 28 Hz)、0. 91 (t、
H)、4. 24 (s、2 H)、2. 69 (s、4 H)、* 3 H、J = 28 Hz)

フロントページの続き

Fターム(参考) 4C048 AA01 BB12 CC01 TT02 UU03
UU05 XX04
4C089 AA10 BD01 BE07
4J100 AL08P BA15P BC43P BC53P
JA01 JA03 JA52